

**PRODUCTION OF RESIN COMPOSITION CONTAINING INORGANIC FILLER****Publication number:** JP8302062**Publication date:** 1996-11-19**Inventor:** NAKAZAWA HIROMOTO; FUJITA TAKETOSHI;  
HOSOKAWA TERUO; TAMURA TAKASHI; INOUE  
HIROFUMI; MOGI YOSHIHIRO**Applicant:** NAT INST RES INORGANIC MAT; SHOWA DENKO KK**Classification:****- international:** C08J5/00; C08K3/00; C08L23/02; C08L101/00;  
C08J5/00; C08K3/00; C08L23/00; C08L101/00; (IPC1-  
7): C08K3/00; C08J5/00; C08L23/02; C08L101/00**- european:****Application number:** JP19950108667 19950502**Priority number(s):** JP19950108667 19950502

Report a data error here

**Abstract of JP8302062**

**PURPOSE:** To provide a simple process for easily producing an inorganic filler-containing resin composition having high rigidity, high heat-resistance, excellent impact resistance and high versatility at a low cost by finely dispersing an inorganic filler in a resin at a nano-meter level by a specific method. **CONSTITUTION:** This resin composition is produced by contacting (A) a laminar compound (e.g. smectite such as montmorillonite) with (B) an organic cation (preferably a quaternary ammonium salt, etc., such as n-alkyl ammonium chloride), swelling the components with (C) an organic solvent (preferably an aliphatic alcohol, etc., having an electron donor structure such as methanol) and finally kneading the swollen product into a dispersing resin composition. The dispersing resin composition is e.g. polypropylene or polycarbonate. The kneading of the swollen product with the dispersing resin composition is preferably carried out by evaporating the organic solvent in a kneader, mixing the components before the collapse and separation of the infinite swollen structure and finally dispersing by shearing force and deaerating the residual component C.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-302062

(43) 公開日 平成8年(1996)11月19日

| (51) Int.Cl. <sup>6</sup> | 識別記号  | 庁内整理番号 | F I           | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|--------|---------------|--------|
| C 0 8 K 3/00              | K A A |        | C 0 8 K 3/00  | K A A  |
| C 0 8 J 5/00              | C E Q |        | C 0 8 J 5/00  | C E Q  |
| C 0 8 L 23/02             | K D Y |        | C 0 8 L 23/02 | K D Y  |
| 101/00                    |       |        | 101/00        |        |

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

|           |                |          |   |
|-----------|----------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願平7-108667    | (71) 出願人 | 591030983<br>科学技術庁無機材質研究所長<br>茨城県つくば市並木1丁目1番地 |
| (22) 出願日  | 平成7年(1995)5月2日 | (71) 出願人 | 000002004<br>昭和電工株式会社<br>東京都港区芝大門1丁目13番9号     |
|           |                | (72) 発明者 | 中沢 弘基<br>茨城県つくば市並木1丁目1番地 科学技<br>術庁 無機材質研究所内   |
|           |                | (72) 発明者 | 藤田 武敏<br>茨城県つくば市並木1丁目1番地 科学技<br>術庁 無機材質研究所内   |
|           |                | (74) 代理人 | 弁理士 志賀 正武 (外2名)<br>最終頁に続く                     |

(54) 【発明の名称】 無機質フィラー含有樹脂組成物の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 樹脂中に無機質フィラーを微細に分散させて高剛性と耐熱、耐衝撃性に優れた無機質フィラー含有樹脂組成物の製造方法。

【構成】 層状化合物に有機カチオンを接触させる工程と、その接触させたものを有機溶媒で膨潤化する工程と、その膨潤化したものを分散樹脂組成物と混練する工程とを有する。

【効果】 微細な無機質フィラーを高濃度で樹脂組成物中に含有させることができるので、高い剛性および耐熱性と優れた耐衝撃性を発揮する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 層状化合物に有機カチオンを接触させる工程と、その接触させたものを有機溶媒で膨潤化する工程と、その膨潤化したものを分散樹脂組成物と混練する工程とを有することを特徴とする無機質フィラー含有樹脂組成物の製造方法。

【請求項 2】 層状化合物に有機カチオンを添加してなる親油性化合物を分散樹脂組成物の存在下の有機溶媒中で膨潤化した後に、これを溶融混練し、有機溶媒を除去する工程を有することを特徴とする無機質フィラー含有樹脂組成物の製造方法。

【請求項 3】 有機カチオンが、4級アンモニウム塩類またはアミノ酸類の正電荷有機化合物であることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の無機質フィラー含有樹脂組成物の製造方法。

【請求項 4】 有機溶媒が、電子供与性有機化合物または芳香族化合物であることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の無機質フィラー含有樹脂組成物の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、様々な成形品、特に剛性、耐熱性、耐衝撃性の要求される成形品に使用される無機質フィラー含有樹脂組成物の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、ポリオレフィンを始めとする樹脂の諸特性、特に機械的特性及び耐熱性を改良するために、剛性の高い無機質フィラーを混合、混練することが行われている。無機質フィラーを添加したポリオレフィン樹脂組成物は、添加していないポリオレフィン樹脂組成物と比較して優れた剛性と耐熱性を有することから、特に自動車や家電製品分野等の成形材料として広く用いられている。しかし、一般に、無機質フィラーを充填すると剛性は向上するものの耐衝撃性は低下してしまうことが知られている。

【0003】そこで、本願発明者は、フィラーをより細かくしかつ分散制御を行うことで剛性の向上や耐衝撃性を改良した発明を先に特許出願（特願平 5-304446 号）した。しかしながら、この方法はフィラーを超微粉化するもので、このフィラーの超微粉化には粉碎と分級の工程を繰り返し行うことからフィラーコストが非常に高いものとなり、上記方法は経済的ではなかった。

【0004】また、フィラーを微細分散する手法として、特開平 2-102261 号公報および特開平 2-105856 号公報には、粘土鉱物にゲストとしてアミン類をドープして層間距離を広げた後、モノマーを層間にいれ、それを重合する際に放出されるエネルギーによって層状粘土鉱物を自己崩壊させてオングストロームレベルで分散させたコンポジットを製造するものが示されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、この手法では効率よくフィラーを分散できるものの、特別な重合設備が必要で、製品価格に高い固定費を担うため、経済的ではない。また、その反応も縮重合か、あるいはラジカル重合系のうちでもサスペンション、エマルジョン重合に限られる。その上、層間にモノマーを挿入したものを反応の進行と共に逐次、添加する必要があるので、装置上、制御が煩雑で、均一な濃度の材料を得ることは困難である。そのため、特に高濃度の複合体は得にくい。また、層間にドープするモノマーであるエチレン、プロピレン、ブテン、イソブレン等を層間に安定して存在させるのに、モノマー濃度を上げるにはこれらを液体として高圧下で層間に存在させなければならない。しかし、これは実際上困難である。そこで、反応器中での滞留時間を長くすることが考えられるが、経済性を欠いてしまう。そのため、重合系に注入する際に高圧下にモノマーを挿入した層間化合物を保持しておくことになるが、単独あるいは共重合であってもモノマーとして使うには装置上の制約があり、液体状のものが望ましい。また、ポリオレフィンで使われるアニオン系配位重合系に、上記方法を適用すると、層間に存在するアミノ酸のような活性水素が多量に存在し、雰囲気中で触媒毒として作用するので、不都合である。したがって、オングストロームレベルのフィラー分散をした樹脂組成物を得るには限られた樹脂材料下でかつ低濃度のフィラーの樹脂組成物しか得られていない。

【0006】本発明は前記課題を解決するためになされたもので、樹脂中に無機質フィラーを微細に分散させて高剛性と耐熱、耐衝撃性に優れた無機質フィラー含有樹脂組成物の製造方法を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】請求項 1 記載の無機質フィラー含有樹脂組成物の製造方法は、層状化合物に有機カチオンを接触させる工程と、その接触させたものを有機溶媒中で膨潤化する工程と、その膨潤化したものを分散樹脂組成物と混練する工程とを有することを特徴とするものである。

【0008】請求項 2 記載の無機質フィラー含有樹脂組成物の製造方法は、層状化合物に有機カチオンを添加してなる親油性化合物を分散樹脂組成物の存在下の有機溶媒中で膨潤化した後に、これを溶融混練し、有機溶媒を除去することを特徴とするものである。

【0009】本発明においては、有機カチオンは、4級アンモニウム塩類またはアミノ酸類の正電荷有機化合物であることが好ましい。

【0010】また、有機溶媒は、電子供与性有機化合物または芳香族化合物であることが好ましい。

## 【0011】

【作用】本発明は、従来のフィラー分散系では得られな

いような剛性と耐熱性を有する樹脂組成物を得るために、膨潤性層状化合物に有機カチオンを挿入して、有機親和性を持たせた上で、有機溶媒、好ましくは電子供与性有機化合物及びまたは芳香族化合物を用いて無限膨潤化し、それを結晶性樹脂及びまたは非晶性樹脂の分散樹脂組成物と混練、好ましくは機械的混練をし、溶融分散を行うもので、層状化合物を構成する無機質フィラーをナノレベルで分散すると共に、高濃度のオングストロームレベルのフィラー分散を得るものである。

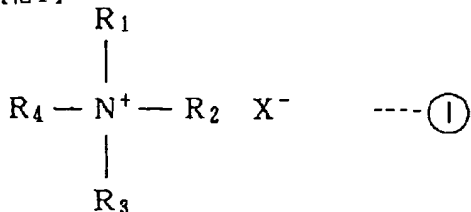
【0012】以下に、本発明を詳説する。本発明では、まず層状化合物に有機カチオンを添加し、接触させて親油性化合物を生成する。本発明で用いる層状化合物は粘土鉱物を主とするもので、膨潤性粘土化合物、磷酸ジルコニウム等が挙げられる。膨潤性粘土鉱物には、スメクタイト、パーミキュライト、マイカ、クロライト等がある。これらの天然に産する結晶性層状粘土鉱物には、例えば以下のような化合物が挙げられる。スメクタイト構造には、サポニナイト、ヘクトライト、モンモリロナイト、サウコナイト等。パーミキュライトに類するものには、トリオクトヘドラルパーミキュライト、ジオクヘドラルパーミクライト。マイカでは、マスコバイト、フィログバイト、パイオタイト、レピドライト、パラゴナイト、テトラシリシクマイカ等。

【0013】また、タルクにフッソ処理を行って膨潤性マイカを合成した物、あるいは水熱合成によって上記のような構造を得たものが挙げられる。更に、層間に挿入されているカチオンに、ナトリウム、カリウム、リチウム等異なる同種のイオンの置換による種々の化合物が適用できる。

【0014】本発明で用いる有機カチオンとしては、4級アンモニウム塩類またはアミノ酸類の正電荷有機化合物が好ましい。トリアルキルアンモニウム塩は、下記化学式①で示される。

【0015】

【化1】



化学式①中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ は炭素数が1以上のアルキル基であって、少なくともその中のアルキル基の1つが主鎖長で炭素数がC4以上でC30以下が良い。より望ましくはC12～C25の範囲が良く、C15～C

22の範囲であればより好ましい。炭素数がC4未満では層間距離が充分開かず後の溶媒による膨潤化に於いて多量の溶剤が必要となる。また炭素数がC30よりも多いと、分子サイズが大きいため層間に入りにくく、かつ層間に挿入された絶対量としても少ないため結果として多量の溶剤を使っても層状の1ユニットまで崩壊する無限膨潤化領域に達しないため好ましくない。尚、式①中、Xは種々のハロゲンであるが、特にクロルが好ましい。

【0016】この有機カチオンを上記層状化合物に添加することで、イオン交換を行うと共に膨潤と有機親和処理を行う。膨潤化処理として具体的には、層状化合物の粉末を水やアルコール等で十分溶媒和させた後、有機カチオンを加え、攪拌し、層状化合物の層間の金属イオンを有機イオンに置換させる。その後、未置換の有機カチオンを十分に洗浄し、濾過、乾燥する。有機カチオンの添加量は、例えばカラム浸透法（参照：「粘土ハンドブック」第576～577頁、技法堂出版）や、メチレンブルー吸着量測定法（日本ベントナイト工業会標準試験法、JBAS-107-91）等の方法で層状化合物の陽イオン交換容量（CEC）を測定し、決定する。有機カチオンの添加量は、CECに対して1当量から10当量の範囲が望ましい。

【0017】次に、上記得られた親油性化合物に有機溶媒を添加して無限膨潤処理を行う。すなわち、親油性化合物に有機溶媒を添加、攪拌することで、有機溶媒が親油性化合物の層間に侵入し、有機溶媒の有機カチオンの溶媒和によって有機カチオンの分子の自由度を大きくすると共に、アルキルアンモニウム塩の一番長い主鎖が一番安定なコンフォメーションとなる。この結果、分子の主鎖が一番安定な状態、すなわち主鎖が溶媒の中で伸びきった状態となる。その際、イオンの配位した有機カチオンは柱のように配座し、層間距離を押し広げる。そして、各層は層間の相互の電気的なイオン結合から解き放れ、層の単一ユニットのレベルまで分離し、溶媒の中に分散する。したがって、有機カチオンの一番長い主鎖長がC4未満であると、有機溶媒を添加しても無限膨潤状態にはなりにくい。また有機カチオンの主鎖が充分長くても、その置換量がきわめて少ないと、有機溶媒の侵入により有機カチオンとの溶媒和は起こるものの、その効果はきわめて小さく、添加量としては理論置換イオン量の1当量以上から10当量の範囲が必要となる。

【0018】単一ユニットになって無限膨潤化した層状化合物は、各々での有機カチオンがイオンの配位しているためにコロイド状になって沈澱しない。

【0019】本発明で使用する有機溶媒は、芳香族化合物または電子供与性有機化合物、特に電子供与体の構造を持つ脂肪族系アルコール及び又はそのエーテルが好ましい。また高誘電率溶媒の電子供与体であっても良い。

例えば、芳香族化合物ではベンゼン、トルエン、キシレン、デカヒドロナフタレン、オルトジクロロベンゼン、あるいは同族体としてアルキルベンゼン、ピリジン、キノリン等がある。上記脂肪族系アルコールには、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、アミールアルコール、ヘキサノール、シクロヘキサノール、オクタノール、ジエチレングリコール、グリセリン等がある。上記脂肪族系エーテルには、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、テトラヒドロフラン、ブチルエチルエーテル等が挙げられる。上記高誘電率溶媒の電子供与体としては、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、Nメチルピロリドン、ジメチルスルフォアミド等が挙げられる。

【0020】そして、上記無限膨潤化した親油性化合物をエラストマーと混練し、分散する。この分散樹脂組成物には、結晶性ポリマーまたは非晶性ポリマーが適用される。結晶性ポリマーには、ポリプロピレン、ポリエチレン、低密度ポリエチレン、直鎖状低密度ポリエチレン、ポリアミド6、ポリアミド6,6、ポリアミド11、ポリアミド12等のポリアミド樹脂及び又はその共重合体、脂肪族ポリエステル、芳香族ポリエステル及び又はその共重合体、あるいはポリエーテルケトン等が挙げられる。また非晶性ポリマーとしては、エチレンプロピレン共重合体、エチレンブテン共重合体、スチレンエチレンブテンエチレン3次元共重合体、ポリカボネート、非晶性ポリアミド、ポリブチンテレフタレート、ポリファニレンエーテル、ポリアセタール、ポリサルホン等がある。これらは、単独あるいは、お互いに相溶し安定したマトリックスを形成しポリマーアロイになるものは複数の結晶/非晶材料の組み合わせ、あるいは非晶/非晶材料の組み合わせであっても良い。

【0021】無限膨潤化した親油性化合物と分散樹脂組成物の混練ないし分散では、分散樹脂組成物の粘度が高いことにより、有機溶媒を混練機の中で気化させ、無限膨潤構造が崩れ分離しないうちに混合を行い、引き続いて剪断による分散を行い、融液ポリマーに残った有機溶媒を脱気する工程を経て無限膨潤した層間化合物をナノレベルで分散する。これに用いる混練機には、例えば、バンバリーミキサー、ローター付きコンティニューアミキサー、2軸押出機（スクリュー回転方向が異方向、同方向）等が挙げられる。

【0022】分散装置の一例を図1に示す。この分散装置は、2軸同方向の押出機10を使用するもので、例えば、スクリュー径40φミリ、スクリュー長さ(L)/スクリュー径(D)の比が51のものである。図1に示すものでは、スクリューのバレル部は分割されていて3ピッチずつのバレルを継ぎ足した構造になっていて、全部で17ブロック（第1ブロック～第17ブロック）からなる。ベント口はホッパー12から数えて、5ブロック目、10ブロック目、13ブロック目、15ブロック

目の4つのベント口で構成されている。それらのベント口はいずれも真空ポンプ14に接続している。

【0023】そして、無限膨潤化した親油性化合物のスラリーはスラリートタンク16から供給ポンプを介して第3ブロックに供給される。供給ポンプには、安定した供給を行うために、有機溶媒のスラリーの粘度に応じて最適なものを選択する。例えば、有機溶媒のスラリーの粘度が $10 \times 10^4$ 以上なら供給ポンプにギヤーポンプ18、粘度がそれ以下ならカスケード（直列）につなげたプランジャーポンプ20を用いることが望ましい。そして、分散樹脂組成物をホッパー12から供給すると、分散樹脂組成物はスクリューによって移送され、第3ブロックを中心に第2ブロックと第5ブロックの間でサイドフィードされたスラリーと接触する。この間のゾーンはスラリーに使われている有機溶媒の沸点より低く設定しなければならない。その先の第5ブロックのベント口で過剰の有機溶媒の一次脱気を行う。次いで第6ブロックから第10ブロックの間で分散樹脂組成物が可塑化される温度に達するように第5ブロックのベント口から温度を暫時高くなるように設定する。

【0024】もし、成形の際に揮発分によって外観を悪くするようなガスが発生するときは揮発分が充分除去されていない場合がある。その際には第12ブロックから水をプランジャーポンプ等で注入して共沸させることにより樹脂中の揮発分（水+溶剤）を300PPM以下にすることが出来る。また、スラリーを熔融樹脂に注入し分散した際に、無限膨潤化したスラリーが熔融樹脂と同じかそれ以上の粘度で、注入作業が極めて困難である場合、または無限膨潤するのに多量の溶媒を使用したために、熔融樹脂との混練後に有機溶媒を脱気するために、押出機のスクリューを長くして押出機での滞留時間を長くすると、押出量が本来の1/10以下にもなることがあり、経済性を欠いてしまう。この場合には、予め層状化合物と分散樹脂組成物をヘンシェルミキサー等の分散機で分散しておき、これを押出機で混練する工程において押出機の側面より有機溶媒のみを計量ポンプにより圧入することで、有機溶媒/分散樹脂組成物/有機カチオンにより膨潤した層間化合物のスラリーを押出機内で形成せしめ、無限膨潤化とエラストマーとの物理的混合を行うことが良い。

【0025】

【実施例】以下に本発明の実施例を記すが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【実施例1】フッ素型テトラシリシクマイカ〔示性式  $\text{NaMg}_2(\text{Si}_2\text{O}_6)\text{F}_2$ 〕からなる層状化合物（トピー工業（株）製“DP-DM”）をピーカー内の蒸留水に浸漬し、攪拌して懸濁液とした。この懸濁液を約60℃で攪拌しながら、有機カチオンである主鎖C4～C22のn-アルキルアンモニウム塩クロライド水溶液（日本油脂（株）製“ニッサンカチオン”及び試薬からの合成に

よる)を添加し、良く攪拌を行い均質な懸濁液に調製した。カラム浸漬法によるテトラシリシクマイカのCECは、凡そ170 meq/100gであったので、混合比は、フッ素型テトラシリシクマイカの100gに対して有機カチオンを $3.4 \times 10^3$  mmolとした。

【0026】この懸濁液を洗浄、遠心分離し、凍結乾燥後粉碎して層状化合物とした。インターカレーションの確認のため、*n*-アルキルアンモニウムクロライドの主鎖の長さを変化したときの層間距離を理学(株)製X線解析装置(RINT2000)を用いた粉末X線回折法によって測定した。この粉末X線回折の測定では、主鎖の長さがC4からC22に変化するに伴って層間距離が1.4 nmから3.8 nmに増加していくことが確認された。また、層間への4級アンモニウム塩の充填密度の確認のために、理学(株)製示唆熱/熱天秤測定(TG-DTA)装置(TAS200)を用いて、熱重量測定を行った。その結果、この親油性化合物の有機カチオン含有量は、層状化合物の凡そ42 wt %であった。次に、この親油性化合物をキシレン中に層状化合物成分がキシレンに対して10 wt %になるように添加し、約1時間攪拌して均質な無限膨潤したスラリーを調製した。

【0027】スラリーの粘度を、B型粘度計((株)東京計器製“B8L”)を用いて23℃で測定した。粘度は、 $8 \times 10^4$  cpsであった。このスラリーを図1に示した分散機を用いて、分散樹脂組成物と混練した。分散樹脂組成物には、メルトフローレイトが80 g/10 minのホモポリプロピレンを用いた。分散樹脂組成物をホッパー12から押出機内に入れて熔融し、上記スラリーをプランジャーポンプ20を用いて押出機途中のベント口から熔融した樹脂中に注入し、混練、有機溶媒の脱気によって、有機カチオン量並びに溶媒量を除いて無機成分を5 wt %含有した樹脂組成物を得た。得られた無機質フィラー含有樹脂組成物の曲げ弾性率(kg/cm<sup>2</sup>)、熱変形温度(HDT(℃))を測定した。測定結果を表1に示す。

【0028】尚、曲げ弾性率は、ASTM D790(乾燥状態、23℃)に準じて測定した。また、熱変形温度は、ASTM D648に従って行ったもので、0.0464 kg/mm<sup>2</sup>(66 psi)のファイバーストレスが作用するように、試験片の中央部に5分間荷重を掛け、2±0.2℃/minの速さで昇温して測定した。尚、測定用試料は、FANAC社製射出成形機「model 100型」により、シリンダー温度210℃、射出圧力750 kg/cm<sup>2</sup>、型締め圧力100トンにて成形したものである。

【0029】〔実施例2〕実施例1において、層状化合物として合成ス멕タイトを用いて親油性化合物を生成した。すなわち、合成ス멕タイト[示性式  $\text{Na}_{x.n}(\text{Mg}_{2.n}\text{Li}_{1.n})\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ]からなる層状化合物(コープケミカル(株)製“SWN”)を用いて上記実施例1

と同様の処理を行った。但し、合成ス멕タイトのCECは、凡そ100 meq/100gであったので、混合比は合成ス멕タイトの100gに対して有機カチオンを $2.0 \times 10^3$  mmolとした。粉末X線回折の測定では、C4からC22に変化するに伴って層間距離が1.4 nmから2.5 nmに増加していくことが確認された。また、示唆熱/熱天秤測定(TG-DTA)では、有機カチオン含有量は、層状化合物の凡そ23 wt %であった。

【0030】実施例2においても、この親油性化合物をキシレンの有機溶媒中で10 wt %に調製した。そのときの粘度は、 $8 \times 10^4$  cpsであった。それを実施例1と同様に、プランジャーポンプを用いて熔融樹脂に注入、混練し、有機カチオン量並びに溶媒量を除いて無機質フィラーを5 wt %含む無機質フィラー含有樹脂組成物を得た。得られた樹脂組成物の弾性率と熱変形温度を表1に示す。

【0031】〔実施例3〕実施例1において、親油性化合物をホモポリプロピレンに有機カチオン量を除いて5 wt %になるように配合し、ヘンシェルミキサーでドライブレンドした。このブレンド物を押出機のホッパーからフィードして熔融混練し、押出機途中のベント口からキシレンのみをプランジャーポンプにてサイド注入して熔融混練し、樹脂組成物を得た。その際のキシレンの添加量は、ブレンドしたものに対して10 wt %になるように調製した。得られた樹脂組成物の弾性率と熱変形温度を表1に示す。

【0032】〔実施例4〕実施例2において、親油性化合物をホモポリプロピレンに有機カチオン量を除いて5 wt %になるように配合し、ヘンシェルミキサーでドライブレンドした。このブレンドしたものを押出機のホッパーからフィードして熔融混練し、押出機途中のベント口からキシレンのみをプランジャーポンプにてサイド注入して熔融混練し、樹脂組成物を得た。その際のキシレンの添加量は、ブレンドしたものに対して10 wt %になるように調製した。得られた樹脂組成物の弾性率と熱変形温度を表1に示す。

【0033】〔比較例1〕実施例1で使用したホモポリプロピレンに、層状化合物としてテトラシリシクマイカを5 wt %ドライブレンドしたブレンド物のみを押出機に30 kg/hrで連続的に供給し、樹脂組成物を得た。得られた樹脂組成物の弾性率と熱変形温度を表1に示す。

【0034】〔比較例2〕実施例2で使用したホモポリプロピレンに、層状化合物として合成ス멕タイトを5 wt %ドライブレンドしたブレンド物のみを押出機に30 kg/hrで連続的に供給し、樹脂組成物を得た。得られた樹脂組成物の弾性率と熱変形温度を表1に示す。

【0035】

【表1】

| 試料  |   | 曲げ弾性率<br>kg/cm <sup>2</sup> | 熱変形温度<br>℃ |
|-----|---|-----------------------------|------------|
| 実施例 | 1 | 23000                       | 140        |
|     | 2 | 19000                       | 125        |
|     | 3 | 21000                       | 136        |
|     | 4 | 17500                       | 125        |
| 比較例 | 1 | 19500                       | 130        |
|     | 2 | 17000                       | 115        |

【0036】表1から、本実施例1、3の樹脂組成物は比較例1の樹脂組成物と比して、また本実施例2、4の樹脂組成物は比較例2の樹脂組成物と比して、曲げ弾性率および熱変形温度がともに高いことがわかる。したがって、本実施例の製造方法であれば、従来からの方法では得られない剛性と耐熱性に優れた無機質フィラー含有樹脂組成物を製造できる。

## \* 【0037】

【発明の効果】本発明の製造方法で製造された無機質フィラー含有樹脂組成物であると、微細な無機質フィラーを高濃度で樹脂組成物中に含有させることができるので、高い剛性および耐熱性と優れた耐衝撃性を発揮する。特に、分散樹脂組成物としては制約がほとんどなく、多くの用途で用いることができ汎用性が高い。また、製造工程も簡易かつ容易であり、しかも特別な設備を要しないので、製造コストも安価である。

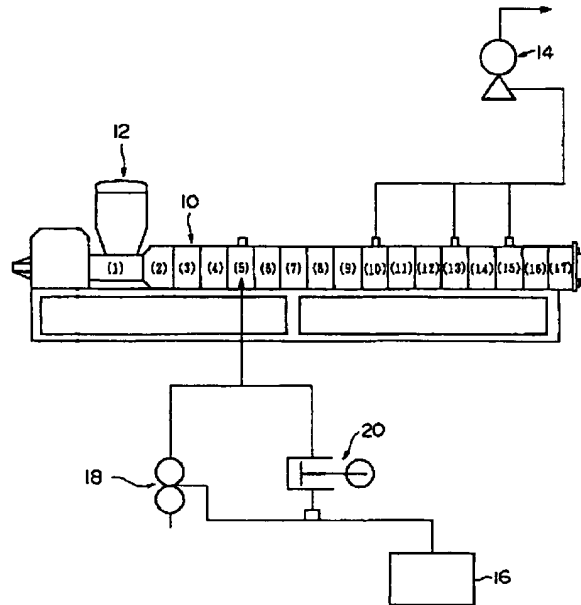
## 【図面の簡単な説明】

【図1】分散装置の一例を示す構成図である。

## 【符号の説明】

10 押出機

【図1】



フロントページの続き

(72) 発明者 細川 輝夫  
神奈川県川崎市川崎区千鳥町 3-2 昭和  
電工株式会社川崎樹脂研究所内  
(72) 発明者 田村 堅志  
神奈川県川崎市川崎区千鳥町 3-2 昭和  
電工株式会社川崎樹脂研究所内

(72) 発明者 井上 浩文  
神奈川県川崎市川崎区千鳥町 3-2 昭和  
電工株式会社川崎樹脂研究所内  
(72) 発明者 茂木 義博  
神奈川県川崎市川崎区千鳥町 3-2 昭和  
電工株式会社川崎樹脂研究所内